



## 凝集性粉体流のレオメトリー

### Rheometry of Cohesive Powder Flow

モジュタバ ガディーリー

Mojtaba GHADIRI

リーズ大学化学プロセス工学 教授

Professor, School of Chemical and Process Engineering, University of Leeds, UK

松坂 修二\*

Shuji MATSUSAKA

京都大学工学研究科 教授

Professor, Graduate School of Engineering, Kyoto University, JAPAN

メーダッド パシヤ, ウェングァング ナン<sup>1</sup>, コリン ヘール<sup>2</sup>,  
ヴィンチェンジーノ ヴィヴァックア, ウーマイル ザファル, サイドウ ネザマバディ<sup>3,4</sup>,  
アルハンドロ ロペス<sup>5</sup>, マシー パシヤ, サーデップ ナディミ<sup>6</sup>  
Mehrdad Pasha, Wenguang Nan<sup>1</sup>, Colin Hare<sup>2</sup>, Vincenzino Vivacqua, Umair Zafar, Saeid Nezamabadi<sup>3,4</sup>,  
Alejandro Lopez<sup>5</sup>, Massih Pasha, Sadegh Nadimi<sup>6</sup>

#### 抄 録

粉体処理および粉体関連の各種製造は速度過程に属し、凝集性粉体では流動が律速になる。材料特性の多様化、湿度・摩擦帯電などの環境条件に対する感受性の増大に伴って、状態の予測は難しくなるが、少量の粉体で適切に評価試験を行えば有効に活用できる。粉体操作では、低応力下における流動性試験が必要とされることが多い。凝集性粉体の（準静的）流動崩壊を評価する方法は既に確立されている。せん断に伴う粉体流動パラメータは操作速度に依存するので、動的状態の特性評価では、せん断セルは使用しない。粉体の流動抵抗をせん断ひずみ速度の関数として定量化が可能な粉体レオメトリー装置は限られており、粉体の挙動と粒子の物理的・機械的特性との関連付けは重要な課題である。本稿では、現在使用されている各装置の概要を記すとともに、凝集性粉体の最新のレオメトリーを解説する。

\* 本論文は、Prof. Ghadiri らの英文原本が同氏の希望により、松坂教授によって日本語に翻訳されたものです。

Current addresses:

<sup>1</sup> School of Mechanical and Power Engineering, Nanjing Tech University, Nanjing 211816, CHINA

<sup>2</sup> Department of Chemical and Process Engineering, University of Surrey, GUILDFORD

<sup>3</sup> LMG, University of Montpellier, FRANCE

<sup>4</sup> IATE, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Université de Montpellier, F-34060, Montpellier, FRANCE

<sup>5</sup> University of Deusto, Avenida de las Universidades 24, Bilbao, 48007, SPAIN

<sup>6</sup> School of Engineering, Newcastle University, UK



## ABSTRACT

Powder processing and manufacturing operations are rate processes for which the bottleneck is cohesive powder flow. Diversity of material properties and sensitivity to environmental conditions, such as humidity and tribo-electric charging, make its prediction very challenging, but highly desirable particularly when addressing a powder material for which only a small quantity is available. Furthermore, in a number of applications powder flow testing at low stress levels is highly desirable. Characterisation of bulk failure for flow initiation (quasi-static) of such powders is well established. However, bulk flow parameters are all sensitive to the speed with which the powder is sheared, but in contrast to quasi-static test methods, there is no shear cell for characterisation of bulk flow parameters in the dynamic regime. There are only a handful of instruments available for powder rheometry, in which the bulk resistance to motion can be quantified as a function of shear strain rate, but the challenge is relating the behaviour to the physical and mechanical properties of the constitutive particles. A critique of the current state of the art in rheometry of cohesive powder flow is presented, reviewing features of a number of widely used instruments.

## 1 はじめに

粉粒体は、医薬品、食品、化学、鉱物など、多くの製造業で使用されており、3Dプリンター等による付加製造あるいは急成長する高付加価値製品においても重要な役割を担っている。粉体処理および粉体関連の各種製造は速度過程に属し、凝集性粉体では流動が律速になる。材料特性の多様化、湿度・摩擦帯電などの環境条件に対する感受性の増大に伴って、状態の予測は難しくなるが、少量の粉体で適切に評価試験を行えば有効に活用できる。

経験に頼るところはあるが、凝集性粉体の（準静的）流動崩壊を評価する方法は既に確立されている。企業内で開発された装置や市販の装置は多く、せん断荷重あるいは引張荷重を圧密された粉体層に加えて試験すると、圧密荷重と時間の関数として、かさ密度、凝集強度、内部摩擦角、壁面摩擦角、単軸崩壊応力、引張破断強度の情報が得られる。準静的試験装置として、Jenike & Pechl パウダーテスター (Schwedde & Schulze, 1990)、リングセル (Schulze, 1994)、セビリア・パウダーテスター (Castellanos et al., 2004)、エディンバラ・パウダーテスター (Bell, 2007)、せん断セル・フリーマン FT4 パウダーレオメーター (Freeman, 2007)、インデンテーション法 (Hassanpour and Ghadiri, 2007)、単軸圧縮試験機 (Parrella et al., 2008)、ケーキングテスター (Calvert et al., 2013)、ブルックフィールド・パウダーフローテスター (Berry et al., 2014)、レイニングベッド法 (Girimonte et al., 2018)、Material Flow Solutions 社・

SSSpin テスター (Johanson, 2019) などが挙げられる。粉体は残留応力の履歴と粒子の充填状態に依存するので、試験装置の種類によって得られる結果は異なる。凝集性粉体は局所的に塊状になりやすく、凝集粒子の大きさと充填密度は粉体層内の応力の履歴に依存する (Ku et al., 2015; Li et al., 2017)。多くの粉体流動パラメーターは、準静的領域を超えると、ひずみ速度の影響が強くなるので (Tardos et al., 2003)、動的状態の特性評価では、せん断セルは使用しない。粉体レオメトリー (粉体レオロジー計測) に適用可能な代表的な装置は、フリーマンテクノロジー社・FT4 パウダーレオメーター、アントンパール社・モジュラーコンパクトレオメーター、およびクエット装置である。これらの装置は、粉体の流動抵抗をせん断ひずみ速度の関数として定量的に評価できるが、粉体のレオロジー特性 (摩擦や粘度) と粒子の物理的・機械的特性との関連付けは重要である。

流動性の良好な非凝集性粉粒体では、ひずみ速度への内部摩擦係数と見かけせん断粘度の依存性を解析するために、無次元慣性数  $I$  が提案されている。

$$I = |\dot{\gamma}| d_p \sqrt{\frac{\rho_p}{P}} \quad (1)$$

ここで、 $\dot{\gamma}$  はひずみ速度 (1/s)、 $d_p$  は粒子径 (m)、 $\rho_p$  は粒子密度 ( $\text{kg/m}^3$ )、 $P$  は圧力 ( $\text{N/m}^2$ ) である。Tardos ら (2003) によって提案された無次元ひずみ速度  $\dot{\gamma}$  は一種の慣性数であり、圧力には、粒子の投影断面積に作用する重力  $g$  が使用されている。すなわち、

$$\gamma^\circ = \gamma \sqrt{\frac{d_p}{g}} \quad (2)$$

Jop ら (2006) は、非凝集性粒子を対象として、次の粉体内部摩擦係数  $\mu_b$  を提案した。

$$\mu_b = \frac{|\tau|}{P} = \mu_1 + \frac{\mu_2 - \mu_1}{\frac{I_0}{I} + 1} \quad (3)$$

ここで、 $\mu_1$  は準静的粉体摩擦係数、 $\mu_2$  は慣性数の増大に伴う摩擦係数の漸近値、 $I_0$  はフィッティングパラメーターである。Chialvo ら (2012) も同様の関数を提案した。一般に、見かけせん断粘度  $\eta = \tau/\dot{\gamma}$  は擬塑性に従うが、粒子形状、付着性相互作用、媒体抵抗の影響に関する詳細な検討は今後行っていく必要がある。Rognon ら (2008) は、法線方向の力と接線方向のクーロン摩擦力に対して線形バネを使用し、DMT モデルの凝集力を離散要素法 (DEM) に組み入れて、凝集性粉体のせん断変形をモデル化した。摩擦、微視的構造、非等方的局所空間率に関する粉体の特徴は解析されており、Berger ら (2015) は凝集粉体への拡張を目指して、次の凝集慣性数  $I_c$  を提案した。

$$I_c = \frac{I}{\sqrt{1 + \alpha\beta}} \quad (4)$$

ただし、

$$\beta = \frac{f_c}{\sigma_n d_p} \quad (5)$$

ここで、 $f_c$  は凝集接触力、 $\sigma_n$  は法線応力である。クーロン粉体を対象として、凝集慣性数に及ぼす凝集強度の影響を統一的に数値シミュレーションで解析することは可能であり、ひずみ速度に及ぼす粉体摩擦係数と凝集強度の依存性は解析されている。数値シミュレーションの結果を検証する方法として、動的状態の粉体パラメーターの評価では、準静的試験法のせん断セルを使用するのではなく、粉体レオメトリ装置、(すなわち、クエット装置 (Tardos et al., 2003)、フリーマンテクノロジー社・FT4 パウダーレオメーター (Freeman, 2003)、アントンパール社・モジュラーコンパクトレオメーター) が用いられる。近年、これらの装置による解析結果は多く、FT4 は Hare ら (2015)、Nan ら (2017a-c)、Wilkinson ら (2017)、Vivacqua ら (2019) により、モジュラーコンパクトレオメーターは Salehi ら (2018) により報告されている。この他に、流動時の粉体挙動を間接的に評価

する方法として、GranuTools 社・GranuDrum (Lumay et al., 2012)、ホールフローメーター (ASTM B213 - 17)、ホソカワミクロン社・パウダテスタ<sup>®</sup>があり、複数の異なる粉体流動試験をひとつの装置に統合したパウダテスタ<sup>®</sup>は産業界で広く用いられている。なお、粉体の流動性と噴流性に関する測定・評価法は、Ogata (2019) が解説記事にまとめている。

本報では、レオロジー特性とその評価法に着目し、凝集性粉体の流動解析法の動向と課題を解説する。また、レオロジー特性に及ぼす粒子径、媒体抵抗、凝集強度、ひずみ速度の影響についても可能な範囲で記す。

## 2 粉体レオメトリ装置

### 2.1 クエット装置

本装置は、同軸円筒から成る液体用レオメーターと同様の構成であり、固定された外筒と回転する内筒の環状部に粉体を充填して試験する (Lun et al., 1984; Tardos et al., 1998)。各種材料を用いて準静的、中間的、動的状態で、せん断応力とひずみ速度の関係は検証されており、中間のおよび動的状態において、せん断応力はひずみ速度と正の相関を示す (Savage and Sayed, 1984; Qin, 2000; Klausner et al., 2000; Tardos et al., 2003)。

重力による鉛直方向の力は層高により変化する (Tardos et al., 1998)。重力に加えて水平方向に遠心力が加わると、固定された外壁の近傍で下向きの力が働くので、ひずみ場の予測は難しくなる (Gutam et al., 2013)。また、回転する内筒と粉体層の表面では滑りが生じるので、その影響を低減する対策も必要である。ひずみ速度を大きくするために、装置の下部から連続的に粒子を排出しながら上部から供給すると、粉体層内の粒子体積分率をほぼ一定に維持できるが (Langroudi et al., 2010)、この方法は多量の粉体を必要とするので使用条件に限られる。

### 2.2 アントンパール社・モジュラーコンパクトレオメーター

本装置は、粉体層内でインペラーを回転させてトルクを測定するものである。せん断抵抗と壁面の摩擦の影響を調べるために、円筒形、溝状表面、羽根、放射状平板など、各種インペラーが準備されている。

粉体セルは通気用多孔板を備えたガラスシリンダー製であり、標準試験法では、セルの底部から 10 mm 上方にインペラーを配置し、0.001~500 rpm の範囲で速度を変更して  $10^{-8}$ ~ $3 \times 10^{-1}$  Nm の範囲でトルクを測定する。インペラーを粉体層内に押し込むときに残留する鉛直方向の力を取り除くため、試験の前に粉体層を調整する。Salehi ら (2017) は、ガラスビーズ、砂、アルミナ粉体の流動性を低応力下で試験し、最小トルクは材料特性、空気流量、インペラーの形状および位置に依存することを報告した。Salehi ら (2018) は、ガラスビーズの粒子径とインペラーの形状を変えてトルクを比較するとともに DEM で粉体の挙動を解析し、測定されるトルクは、せん断面および瞬間的に形成される応力鎖に依存することを報告した。なお、粉体層内のインペラーの高さを固定して流動性の応答を測定すると、偏析、部分通気、壁面での滑りなどの影響により、必ずしも粉体層を代表とする結果が得られるとは限らないことも指摘されている。

### 2.3 フリーマンテクノロジー社・FT4 パウダーレオメーター

本装置は、粉体層内を回転しながら鉛直方向に移動するインペラーの仕事量を測定するものである (Freeman, 2007)。下降と上昇の 2 種類のモードがあり、測定された仕事を動的状態の流動性の評価に用いる。下降時には、インペラーは反時計方向に回転し、粉体層は圧密されながらせん断される。インペラーによって行われた仕事は、基本流動性エネルギーと呼ばれている。上昇試験は、インペラーを粉体層の下部に移動後、時計方向に反転させて行う。インペラーによる材料の単位質量あたりの仕事は比エネルギーと呼ばれている。

FT4 は、粉体の流動性の目安を得るために広く使用されている。例えば、Fu ら (2012) は、3 種類の乳糖の粒子径と粒子形状の影響を FT4 で識別した。Li ら (2018) は、凝集性の強い粉体に見られるトルクの変動は、凝集粒子の解砕に関係していることを報告した。Wilkinson ら (2017) は、FT4 の流動パラメーターの評価に DEM の統計的感度解析法を取り入れた。ただし、インペラーの下降と上昇の仕事に及ぼす粒子特性の影響あるいは摩擦とせん断粘度などのレオロジー特性への関連づけは遅れており、凝

集性粉体の機械的レオロジー特性と仕事との相互関係を解明するために、多くの研究が行われている。Hare ら (2017) は、ガラスビーズの凝集性をシラン化で制御するとともに、DEM の結果を用いて適切に評価できることを報告した。なお、FT4 の測定結果から得られた流動エネルギーを高ひずみ速度の粉体プロセスに結びつける研究が行われたが (Goh et al., 2018; Mellin et al., 2017)、統一的な相互関連性を得るまでには至っていない。Li ら (2018) は、凝集性粉体を FT4 で測定すると、周期的なトルクの変動が見られ、凝集性の増加とともに周期は長くなるが、流動性の良好な粉体では、液体と同様に周期性が見られないことを報告した。実際の工場で行われる粉体操作は、必ずしもインペラーを用いて流動させているわけではないので、インペラーと壁面の粒子の滑り、局所的通気、あるいはインペラーと容器内壁間の粒子閉塞による粉体レオロジーへの影響を無視することはできない。したがって、粉体レオメーターとして FT4 やアントンパール社の装置を使用するとき、インペラーによって生じる粉体流の力学を解析し、得られた仕事を粉体レオロジー特性と関連付ける必要がある。Ghadiri の研究グループは、FT4 における粉体層の応力とひずみ場を DEM-CFD シミュレーションで解析し、粉体レオロジーに及ぼす凝集強度、媒体抵抗、ひずみ速度、粒子径の影響を体系的に検討した (Nan et al., 2017a, b, c; Vivacqua et al., 2019)。なお、コンピューターの計算能力と記憶容量を考慮すると、複雑な形状の凝集性微粒子を対象にすることは非現実的であり、実験的検証が可能な粗粒子を用いて、各因子をひずみ速度の関数として解析するのがよい。

### 2.4 回転ドラム

粉体あるいは粒状体の流動性を評価する実用的な装置として回転ドラムが使用されている (例えば、Granutools 社・GranuDrum<sup>TM</sup> や Processtechnik 社・回転パウダーアナライザー)。これらの装置は、圧密条件下で行うせん断試験とは異なり、動的条件下で行う自由流動試験に属するので (Nalluri and Kuentz, 2010; Lumay et al., 2012; Yang et al., 2016)、粒子の挙動は、混合、造粒、貯蔵、堆積など、多くの工業プロセスで見られる現象と共通するところが多い。非凝集性あるいは弱凝集性粉粒体の回転ドラム内の流

動状態は、回転系フルード数の関数として表され、崩落、回転、輸送、遠心分離などの現象を流動時の傾斜角と移動速度を用いて特徴づけられる (MiDi, 2004; Fischer et al., 2008; Morrison et al., 2016)。ただし、凝集性粉体では流動面が不規則で、流動状態も不連続のため、パラメーターの値を決定することが難しい。流動面の変動を標準偏差で評価する方法も提案されているが (Alexander et al., 2006; Lumay et al., 2012, 2016)、粒子が凝集すると付着や摩擦の複合効果によって流動状態が変わるので、結果の解釈が難しい。したがって、回転ドラムは、自由流動性粉粒体に限れば、偏析およびレオロジー応答の評価に適しているといえよう。

## 2.5 高ひずみ速度のボールインデンテーション法 (Ball Indentation Method, BIM)

BIM は、粉体層への球圧子の押し込みによって生じるせん断流動抵抗を準静的に試験するために開発された (Hassanpour and Ghadiri, 2007)。粉体層の硬さとして表される流動抵抗は、材料に依存する単軸崩壊応力に関係する。これは、同一の圧密条件下で、粉体層の硬さと単軸崩壊応力を測定する試験によって実証でき、Zafar ら (2017) は材料の制約因子が圧密応力に依存しないことを報告した。単軸崩壊応力を直接測定するのではなく、硬さで代用するという間接法ではあるが、低圧密応力下の測定が可能であり、極少量の粉体で力学特性を評価できるところに特長がある。

球体を落下・衝突させて粉体層への貫入深さを測定する方法も提案されており、BIM の適用範囲は広がった (Zafar et al., in press)。なお、動的流動抵抗は、粉体層表面の動的硬さ  $H$  で表される。すなわち、

$$H = \frac{MV^2}{2U} \quad (6)$$

ここで、 $M$  は球体の質量、 $V$  は粉体層への衝突速度、 $U$  は粉体層表面に形成された衝突痕の体積である (Tirupataiah and Sundararajan, 1990)。動的 BIM は、大きく異なるひずみ速度で粉体流動性を評価するための迅速で簡便な方法であるが、上で述べたとおり間接法であり、実用に供するにはさらに詳細な検討が必要である。また、流動抵抗よりも粉体層の降伏応力の値が必要な場合には、ひずみ速度への制

約因子の依存性も明らかにしておかなければならない。球体は任意の速度で発射、あるいは任意の高さから落下させるので、粉体層表面に形成される衝突痕の深さは制御できない。準静的硬さ試験では、押し込み深さの範囲が定められているが (Pasha et al., 2013; Zafar et al., 2017)、高ひずみ速度の硬さ試験で信頼性の高い測定結果を得るには、試験条件の範囲を限定する必要がある。準静的硬さが既知の場合、圧子の大きさ、密度、速度から押し込み深さを見積もることは可能である。また、測定に適した最大速度も予測できるが、流動抵抗はひずみ速度に依存するので限界がある。動的 BIM では、衝突痕の深さあるいは体積および球体の速度を測定する必要があり、高速度カメラの使用はこれらの測定を可能にする。なお、ひずみ速度の影響を広い範囲で検証するには、材料と大きさがそれぞれ異なる球体を用いて、落下高さを変更するなどの方法が有効と考えられる (Tirapelle et al., 2019)。

## 3 付加製造のための粉体薄層化の評価法

最近、3D プリンター等の付加製造 (additive manufacturing, AM) において、凝集性粉体の薄層化に関する流動性の評価に注目が集まっている。しかし、薄層性を評価する標準試験法は確立しておらず、粉体の機械的特性に関する各種試験法の適用が試みられてきた (例えば、Nguyen et al., 2017; Carrozza, 2017; Nan et al., 2018; Han et al., 2019)。Nan ら (2018) は、一時的な流動障害と粒子の架橋形成が薄層性に影響を及ぼすことを報告した。薄層性と流動性は相互に関係するが、異なる特性値である。前者は薄層形成における粉体の均一な拡がり性を示すものであり、後者は粉体の一般的な流動性を指す。Nan ら (2018) は、粉体の薄層化を DEM で解析するために、ガス・アトマイズ・ステンレス鋼粉の物理的・機械的特性を評価し、付加製造に用いられる一般的な間隙によって (すなわち、底板と一定の間隙で鉛直ブレードを水平に移動させることによって) 形成される粉体薄層に局所空隙 (非充填部) が生じることを報告した。図 1 は、DEM シミュレーションの結果を上部から観察したものである。個数基準ふるい下分布で 90% の粒子径  $D$  が一時的流動障害を評価するのに適していることを示すとともに、次式で局所

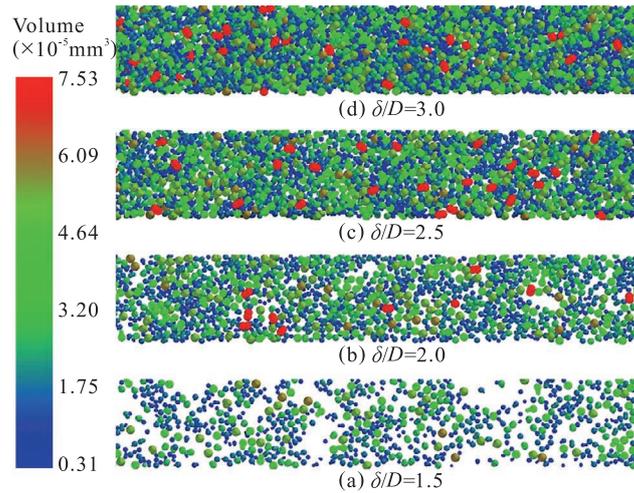


図1 離散要素法によるガス・アトマイズ粉の薄層性のシミュレーション：間隙の関数として粉体層の局所空隙と粒度偏析を示す。間隙を小さくすると一時的流動障害が生じる（局所空隙の発生頻度とその大きさ：図2参照）。色相は、一次粒子の体積を表しており、最小間隙では大粒子（赤色）は見られない。

Fig. 1 Simulations of spreadability of gas-atomised metal powders by Discrete Element Method, showing empty patches and size segregation of the spread layer as a function of gap height. Narrow gaps cause transient jamming, the frequency of which and empty patch size are shown in Fig. 2. The colour bar shows the individual particle volume; the absence of largest particles (shown in red) is observed for the smallest gap (Nan et al., 2018).  
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.07.030>. Copyright: (2018) Elsevier B.V. under <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

空隙を定義した。

$$\frac{\sum V_p}{\Delta x \Delta y (\delta - \delta_c)} < 0.1 \quad (7)$$

ここで、左辺の分子は全粒子の固体体積、分母はブレードの移動によって形成された粉体薄層の有効な体積であり、 $V_p$ は一次粒子の体積、 $\Delta x$ はブレードの進行方向の微小距離、 $\Delta y$ はx方向に垂直で水平面内の微小距離、 $\delta$ は間隙、 $\delta_c$ はDと仮定されている。 $\delta$ をDで無次元化した間隙が3未満のとき、一時的流動障害あるいは局所空隙が生じる。式(7)の局所空隙の定義を用いると、一時的流動障害は10～100 Hzの頻度で生じる(図2参照)。

Nan and Ghadiri (2019)は、間隙を通過する粉体の質量流量が、ブレードの移動速度に依存しない限界移動速度を明らかにした。Haeri (2017)は、ローラー方式で形成される粉体層と同等の粒子体積分率と表面粗さを確保できる粉体薄層形成ブレードの形状を示した。Geerら(2018)とHanら(2019)は、金属粉の安息角とかさ密度を測定し、滑りと転がり摩擦係数および粉体の表面エネルギーをDEMで評価した。Desaiら(2019)は、安息角の測定試験および付加製造における粉体薄層化に適用可能な粉体

レオメトリーに基づいてDEM較正法を開発した。しかし、粒子の付着と滑り摩擦は安息角に対して複雑に影響するので、較正作業は慎重に行う必要があり、付加製造における粉体薄層性に影響を及ぼす要因の特定、特性評価、ならびに具体的評価法の開発が今後の課題である。

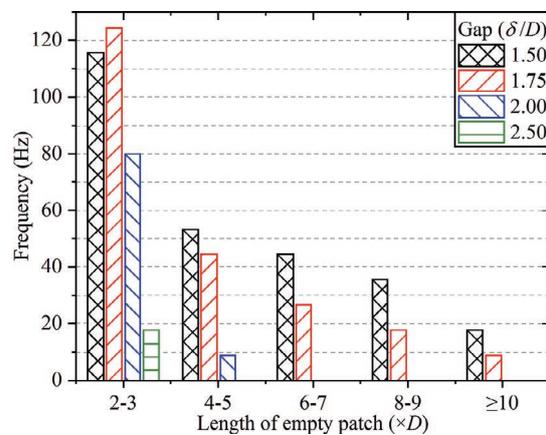


図2 間隙の関数として表した局所空隙の大きさに対する発生頻度

Fig. 2 Frequency of empty patches for each patch length as a function of gap height (Nan et al., 2018).

## 4 おわりに

動的条件下で凝集性粉体の流動性を評価できる装置は、FT4 パウダーレオメーター、アントンパール社・粉体レオメーター、およびクエット装置である。これらの装置は、粉体レオメーターと呼ばれており、異なるせん断ひずみ速度で粉体のレオロジー応答を測定できる。従来、動的流動試験はクエット法を基礎として進められてきたが、汎用試験装置の開発が遅れており、壁面での滑りや二次流れの影響など、解決すべき課題も残されている。また、粉体レオメーターは、摩擦および見かけせん断粘度などの粉体レオロジー特性とトルクとの基本的な関係が重要であるが、十分に解明されるまでには至っていない。

その他の動的試験法として、回転ドラム法とBIMが挙げられる。回転ドラム法は、自由表面をもつ移流の評価に適用できるが、加えられた応力は制御できず、関連する凝集パラメーターの解釈も難しい。BIMは比較的新しい評価法であり、応力の制御は可能で、ひずみ速度の範囲も球体の調整によって対応できるが、粉体層への貫入深さに関する操作範囲は限られる。

高ひずみ速度における今後の重要な粉体関連分野は、3Dプリンティングに代表される付加製造である。付加製造に求められる粉体薄層性を各種フロー

テスターの結果と関連づけることに多くの時間が費やされている。しかし、付加製造では壁境界の近傍で粉体の薄層が形成されるという特殊性があり、一時的な流動障害と粒子の架橋形成の影響を強く受けるので、粉体の薄層化に適した新しいレオメトリーの開発が必要である。

## 謝辞

次の研究助成に謝意を表す。

(i) Virtual Formulation Laboratory Grant of the EPSRC Future Formulation Programme (EP/N025261/1); (ii) Advanced Manufacturing Supply Chains Initiative (AMSCI) and the Medicines Manufacturing Industry Partnership (MMIP), UK, through the funding of the ‘Advanced Digital Design of Pharmaceutical Therapeutics’ (Grant No. 14060); (iii) the EPSRC Programme Grant: Friction: The Tribology Enigma (EP/R001766/1) ; (iv) Project ID 1502–607 funded through ANR (the French National Research Agency) under the “Investissements d’avenir” programme with the reference ANR-10-LABX-001-01 Labex Agro and coordinated by Agropolis Fondation, France, under the frame of I-SITE MUSE (ANR-16-IDEX-0006).

## References

- Alexander A.W., Chaudhuri B., Faqih A., Muzzio F.J., Davies C., Tomassone M.S., Avalanching flow of cohesive powders, *Powder Technology*, 164 (2006) 13–21.
- ASTM B213 – 17. Hall Flow Tester.
- Bell A.T., Evaluation of Edinburgh Powder Tester, PARTEC, Nuremberg, Germany, 2007.
- Berger N., Azéma E., Douce J.F., Radjai F., Scaling behaviour of cohesive granular flows, *EPL*, 112 64004 (2015) 1–6.
- Berry R.J., Bradley M.S.A., McGregor R.G., Brookfield powder flow tester – Results of round robin tests with CRM-116 limestone powder, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, 229 (2014) 215–230.
- Calvert G., Curcic N., Redhead C., Ahmadian H., Owen C., Beckett D., Ghadiri M., A new environmental bulk powder caking tester, *Powder Technology*, 249 (2013) 323–329.
- Carrozza A., Characterization of Powders to be Used in a Laser Powder Bed Machine. Analysis of the Critical Parameters and Relationship with Powder Flowability, MSc Thesis, Politecnico di Torino (2017).
- Castellanos A., Valverde J.M., Quintanilla M.A.S., The Sevilla Powder Tester: A tool for characterizing the physical properties of fine cohesive powders at very small consolidations, *KONA Powder and Particle Journal*, 22 (2004) 66–81.
- Chialvo S., Sun J., Sundaresan S., Bridging the rheology of granular flows in three regimes, *Physical Review E*, 85 (2012) 021305.
- Desai P.S., Mehta A., Dougherty P.S.M., Higgs C.F., A rheometry based calibration of a first-order DEM model to generate virtual avatars of metal Additive

- Manufacturing (AM) powders, *Powder Technology*, 342 (2019) 441–456.
- Fischer R., Gondret P., Perrin B., Rabaud M., Dynamics of dry granular avalanches, *Physical Review E*, 78 (2008) 021302.
- Freeman R., Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders – a comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell, *Powder Technology*, 174 (2007) 25–33.
- Fu X., Huck D., Makein L., Armstrong B., Willen U. and Freeman T., Effect of particle shape and size on flow properties of lactose powders, *Particuology*, 10 (2012) 203–208.
- Geer, S., Bernhardt-Barry, M.L., Garboczi, E.J., Whiting, J., Donmez, A., A more efficient method for calibrating discrete element method parameters for simulations of metallic powder used in additive manufacturing, *Granular Matter*, 20 (2018) 1–17.
- Girimonte R., Bernardo P., Minnicelli A., Formisani B., Experimental characterization of the cohesive behaviour of fine powders by the raining bed test, *Powder Technology*, 325 (2018) 373–380.
- Goh H.P., Heng P.W.S., Liew C.V., Investigation on the impact of powder arching in small die filling, *International Journal of Pharmaceutics*, 551 (2018) 42–51.
- Gutam K.J., Mehandia V., Nott P.R., Rheometry of granular materials in cylindrical Couette cells: Anomalous stress caused by gravity and shear, *Physics of Fluids*, 25 (2013) 070602.
- Haeri S., Optimisation of blade type spreaders for powder bed preparation in Additive Manufacturing using DEM simulations, *Powder Technology*, 321 (2017) 94–104.
- Han Q., Gu H., Setchi R., Discrete element simulation of powder layer thickness in laser additive manufacturing, *Powder Technology*, 352 (2019) 91–102.
- Hare C., Zafar U., Ghadiri M., Freeman T., Clayton J., Murtagh M.J., Analysis of the dynamics of the FT4 powder rheometer, *Powder Technology*, 285 (2015) 123–127.
- Hare C., Zafar U., Ghadiri M., Freeman T., Clayton J., Murtagh M.J., *ibid*, 315 (2017) 37–38.
- Hassanpour A., Ghadiri M., Characterisation of flowability of loosely compacted cohesive powders by indentation, *Particle & Particle Systems Characterization*, 24 (2007) 117–123.
- Hosokawa Micron Powder Tester PT-X, Standard Test Method for Bulk Solids Characterization by Carr Indices, ASTM International Designation: D 6393 – 08.
- Johanson K., SSSpinTester-X Powder Strength Tester, Material Flow Solutions, Inc., <https://www.matflowsol.com/images/PDF/products/SSSpinTester/Full%20Brochure.pdf>, (2019).
- Jop P., Forterre Y, Pouliquen O., A constitutive law for dense granular flows. *Nature*, 441 (2006) 727–730.
- Klausner J.F., Chen D., Mei R., Experimental investigation of cohesive powder rheology, *Powder Technology*, 112 (2000) 94–101.
- Langroudi M.K., Turek S., Ouazzi A., Tardos G.I., An investigation of frictional and collisional powder flows using a unified constitutive equation, *Powder Technology*, 197 (2010) 91–101.
- Li M., Leturia M., Saleh K., Analysis of the periodic motion in a powder rheometer and development of a new flowability testing method, *Kona Powder and Particle Journal*, 34 (2017) 1–11.
- Lumay G., Boschini F., Traina K., Bontempi S., Remy J.-C., Cloots R., Vandewalle N., Measuring the flowing properties of powders and grains, *Powder Technology*, 224 (2012) 19–27.
- Lumay G., Traina K., Boschini F., Delaval V., Rescaglio A., Cloots R., Vandewalle N., Effect of relative air humidity on the flowability of lactose powders, *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 35 (2016) 207–212.
- Lun C.K.K., Savage S.B., Jeffrey D.J., Chepurmiy N., Kinetic theories for granular flow: Inelastic particles in couette flow and slightly inelastic particles in a general flow field, *Journal of Fluid Mechanics*, (1984) 1401223E256.
- Mellin P., Lyckfeldt O., Harlin P., Brodin H., Blom H., Strondl A., Evaluating flowability of additive manufacturing powders, using the Gustavsson flow meter, *Metal powder report*, 72 (2017) 322–326.
- MiDi G.D.R., On dense granular flows, *The European Physical Journal E*, 14 (2004) 341–365.
- Morrison A.J., Govender I., Mainza A.N., Parker D.J., The shape and behaviour of a granular bed in a rotating drum using Eulerian flow fields obtained from PEPT, *Chemical Engineering Science*, 152 (2016) 186–198.
- Nalluri V.R., Kuentz M., Flowability characterisation of drug-excipient blends using a novel powder avalanching method, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 74 (2010) 388–396.
- Nan W., Ghadiri M., Numerical simulation of powder flow during spreading in additive manufacturing, *Powder Technology*, 342 (2019) 801–807.
- Nan W., Pasha M., Bonakdar T., Lopez A., Zafar U., Nadimi S., Ghadiri M., Jamming during particle spreading in additive manufacturing, *Powder Technology*, 338 (2018)

- 253–262.
- Nan W., Ghadiri M., Wang Y., Analysis of powder rheometry of FT4: Effect of air flow, *Chemical Engineering Science*, 162 (2017a) 141–151.
- Nan W., Vivacqua V., Ghadiri M., Wang Y., Numerical analysis of air effect on the powder flow dynamics in the FT4 Powder Rheometer, *Powder and Grains* 2017, France (2017b) 03036.
- Nan W., Ghadiri M., Wang Y., Analysis of powder rheometry of FT4: Effect of particle shape, *Chemical Engineering Science*, 173 (2017c) 374–383.
- Nguyen Q.B., Nai M.L.S., Zhu Z., Sun C.N., Wei J., Zhou W., Characteristics of inconel powders for powder-bed additive manufacturing, *Engineering*, 3 (2017) 695–700.
- Ogata K., A review: Recent progress on evaluation of flowability and floodability of powder, *KONA Powder and Particle Journal*, 36 (2019) 33–49.
- Parrella L., Barletta D., Boerefijin R., Poletto M., Comparison between a uniaxial compaction tester and a shear tester for the characterization of powder flowability, *KONA Powder and Particle Journal*, 26 (2008) 178–189.
- Pasha M., Hare C., Hassanpour A., Ghadiri M., Analysis of ball indentation on cohesive powder beds using distinct element modelling, *Powder Technology*, 233 (2013) 80–90.
- Qin H., Flow behavior of granular materials: Quasi-static to inertial transition, Doctoral dissertation, University of Florida, (2000).
- Rognon P.G., Roux J.-N., Naaïm M., Chevoir F., Dense flows of cohesive granular materials, *Journal of Fluid Mechanics*, 596 (2008) 21–47.
- Savage S.B., Sayed M., Stresses developed by dry cohesionless granular materials sheared in an annular shear cell, *Journal of Fluid Mechanics*, 142 (1984) 391–430.
- Salehi H., Barletta D., Poletto M., Schütz D., Romirer, R., On the use of a powder rheometer to characterize the powder flowability at low consolidation with torque resistances, *AIChE Journal*, 63 (2017) 4788–4798.
- Salehi H., Sofia D., Schütz D., Barletta D., Poletto M., Experiments and simulation of torque in Anton Paar powder cell, *Particulate Science and Technology*, 36 (2018) 501–512.
- Schulze D., A new ring shear tester for flowability and time consolidation measurements in International Particle Technology Forum, 1st International Particle Technology Forum, USA, (1994) 11–16.
- Schwedes J., Schulze D., Measurement of flow properties of bulk solids, *Powder Technology*, 61 (1990) 59–68.
- Tardos, G.I., Khan, M.I., Schaeffer, D.G., Forces on a slowly rotating, rough cylinder in a Couette device containing a dry, frictional powder, *Physics of Fluids*, 10 (1998) 335–341.
- Tardos G.I., McNamara S., Talu I., Slow and intermediate flow of a frictional bulk powder in the Couette geometry, *Powder Technology*, 131 (2003) 23–39.
- Tirupataiah Y., Sundararajan G., The volume of the crater formed by the impact of a ball against flat target materials: the effect of ball hardness and density, *International Journal of Impact Engineering*, 9 (1990) 237–246.
- Tirapelle M., Santomaso A., Hare C., Characterising powder flowability at high shear rates by the ball indentation method, *Chemical Engineering Transactions*, 76 (2019) 391–396.
- Vivacqua V., López A., Hammond R., Ghadiri M., DEM analysis of the effect of particle shape, cohesion and strain rate on powder rheometry, *Powder Technology*, 342 (2019) 653–663.
- Wilkinson S.K., Turnbull S.A., Yan Z., Stitt E.H., Marigo M., A parametric evaluation of powder flowability using a Freeman rheometer through statistical and sensitivity analysis: A discrete element method (DEM) study, *Computers & Chemical Engineering*, 97 (2017) 161–174.
- Yang H., Jiang G.L., Saw H.Y., Davies C., Biggs M.J., Zivkovic V., Granular dynamics of cohesive powders in a rotating drum as revealed by speckle visibility spectroscopy and synchronous measurement of forces due to avalanching, *Chemical Engineering Science*, 146 (2016) 1–9.
- Zafar U., Hare C., Hassanpour A., Ghadiri M., Ball indentation on powder beds for assessing powder flowability: Analysis of operation window, *Powder Technology*, 310 (2017) 300–306.
- Zafar U., Hare C., Hassanpour A., Ghadiri M., Effect of strain rate on powder flow behaviour using ball indentation method, *Powder Technology* (in press).

## 〈著者紹介〉



## モジュタバ ガディーリー Mojtaba GHADIRI

〔経歴〕 1976年、インペリアルカレッジロンドンで修士、1980年英国ケンブリッジ大学で博士を取得。ユニリーバを経て、英国サリー大学教授。2001年から英国リーズ大学教授、現在に至る。王立工学アカデミー・フェロー、英国化学工学会・フェロー、英国公認技術者、国際微粒子研究協会コンサルタント、KONA誌ヨーロッパ元編集委員長。Inoya Award, Kona Awardなど、受賞歴多数。

〔専門〕 粉体および粒子の特性および現象に関する微視的・巨視的關係、すなわち、粒子の微視的構造と粉体プロセス内の相互作用に関する研究に取り組んでいる。

〔連絡先〕 M.Ghadiri@leeds.ac.uk

## 〈翻訳者紹介〉



## 松坂 修二 Shuji MATSUSAKA

〔経歴〕 1983年、広島大学で修士を取得。東レエンジニアリングを経て、1989年、京都大学助手。1993年、京大博（工）。1999年、英国サリー大学に留学。現在、京都大学工学研究科教授。粉体工学会理事、日本エアロゾル学会理事、静電気学会理事を歴任。現在、ホソカワ粉体工学振興財団理事、APT誌名誉編集委員長。受賞歴：粉体工学会和文誌論文賞および英文誌論文賞、化学工学会研究賞など。

〔専門〕 粉体工学、静電気工学、エアロゾル工学。付着性、流動性、帯電性に関する基礎研究と関連する応用技術の開発に取り組んでいる。

〔連絡先〕 matsu@cheme.kyoto-u.ac.jp